

3/5/1 DIALOG(R)File 351:DERWENT WPI (c)1998 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.
009418948 WPI Acc No: 93-112462/199314 XRAM Acc No: C93-049764
XRPX Acc No: N93-085463

Vibration-controlling composite material - comprises intermediate layer of thermoplastic resin crosslinked by agent with specific gradient of gel fraction of outer side w.r.t. centre

Patent Assignee: KAWASAKI STEEL CORP (KAWI)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family: Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Main IPC Week

JP 5050554 A 19930302 JP 91216854 A 19910828 B32B-015/08 199314 B

Priority Applications (No Type Date): JP 91216854 A 19910828

Patent Details: Patent Kind Lan Pg Filing Notes Application Patent

JP 5050554 A 6

Abstract (Basic): JP 5050554 A

Composite material comprises an intermediate resin layer of thermoplastic resin crosslinked by agent having a gradient of the gel fraction higher at the outer sides than the central portion, and sandwiched between 2 metal plates.

Material is prepd. by sandwiching a thermoplastic resin and a crosslinking agent between 2 metal sheets so that a catalyst having catalytic action to the crosslinking reaction intervenes between the thermoplastic resin layers and the metal plates and hot pressing the laminated sheets to crosslink the resin.

The thermoplastic resin is pref. copolymer prepd. by esterifying aromatic dicarboxylic acid(s) (e.g., dimethylterephthalaic acid, terephthalic acid, isophthalic acid or phthalic acid) and/or an aliphatic dicarboxylic acid(s) (e.g., succinic acid, glutaric acid, adipic acid, pimelic acid, azelaic acid or sebacic acid) and glycol(s) (e.g., ethylene glycol, 1,3- or 1,2-propane diol, 1,3- or 1,6-hexane diol, hydrogenated bisphenol A or diethylene glycol) or ester-interchanging the reaction prod. at a high temp. and under high vacuo while removing excess glycol; or depolymerising polyethylene terephthalate or polybutylene terephthalate in the presence of a dibasic carboxylic acid and excess glycol and then ester-interchanging; or polyester prepd. from caprolactone. The crosslinking agent is e.g. 2,4- or 2,6-tolylene diisocyanate as such or modified by polyol or carbodiimide, hexamethylene diisocyanate, isophorone diisocyanate or adduct polyisocyanate prepd. by addition reacting tolylene diisocyanate with trimethylolpropane or polymerised or blocked polyisocyanate. The compsn. is blended with opt. other thermoplastic polyester resin, acrylic resin, epoxy resin, tackifier resin, plasticiser, silane-coupling agent, hardening catalyst or chain-extending agent and filler. The pref. blended electroconductive substance is Fe, stainless steel, Zn, Cu, Sn, Ni, Al or brass in the form of powder, flake, fibre or wire, ferrous metal plated with Cu or Ni, carbon black, graphite, carbon fibre, etc. The hardening catalyst is pref. coated on the surface of the metal plates and heated at 100-200 deg.

Dwg.0/0

Title Terms: VIBRATION; CONTROL; COMPOSITE; MATERIAL; COMPRISE; INTERMEDIATE; LAYER; THERMOPLASTIC; RESIN; CROSSLINK; AGENT; SPECIFIC; GRADIENT; GEL; FRACTION; OUTER; SIDE; CENTRE

Derwent Class: A32; A95; P73; Q63 International Patent Class (Main): B32B-015/08

International Patent Class (Additional): B32B-005/14; B32B-007/02; B32B-031/06;

C08G-018/42; F16F-015/02 File Segment: CPI; EngPI

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-50554

(43)公開日 平成5年(1993)3月2日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 3 2 B 15/08		D 7148-4F		
5/14		7016-4F		
7/02	1 0 1	7188-4F		
31/06		7141-4F		
C 0 8 G 18/42	NDW	8620-4J		

審査請求 未請求 請求項の数2(全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平3-216854

(22)出願日 平成3年(1991)8月28日

(71)出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72)発明者 坂本 誠司

千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

(72)発明者 内田 康信

千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

(72)発明者 江口 邦彦

千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 複合型制振材料およびその製造方法

(57)【要約】

【目的】 自動車等に使用される樹脂複合型制振材料にプレス加工や絞り加工等の加工を施すとき、金属板と中間樹脂層との間で剥離が生じることが多かった。

【構成】 中間樹脂層の内層部のゲル分率を外層部のゲル分率よりも低くすることにより、金属板と中間樹脂層間の剪断強度を上昇させた。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性樹脂が架橋剤によって架橋されてなる中間樹脂層が金属板に挟持されてなる複合型制振材料であって、前記中間樹脂層が厚み方向に樹脂のゲル分率の分布を有し、かつ前記中間樹脂層の内層部のゲル分率が外層部のゲル分率よりも低いことを特徴とする複合型制振材料。

【請求項2】 熱可塑性樹脂と架橋剤よりなる中間樹脂層と金属板との間に、架橋反応に対して触媒作用を有する触媒が介在した状態で、前記金属板で前記中間樹脂層を挟持した積層体を形成し、前記積層体を加熱圧着することを特徴とする複合型制振材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、加工性に優れた複合型制振材料およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年の環境重視の世相を反映して、環境問題の一つである騒音、振動に対する関心が高まっており、この問題の解決のために多くの努力が払われている。特に騒音については、自動車騒音を中心に騒音規制法などの関連法案が具体化され、実施に至っていることから、騒音防止のための材料開発が盛んである。このような背景を受け、制振作用を有する材料が求められ、中でも2枚の金属板間に粘弾性樹脂からなる中間樹脂層を介在させた複合型制振材料が騒音、振動防止剤として注目されている。この複合型制振材料は金属板に加えらる振動を中間樹脂層が熱エネルギーに変換するものであり、自動車業界、土木建築業界、電機業界等において幅広く利用できるものである。例えばエンジンのオイルパン、階段、ドア、床材、屋根材などの建材、モーター、コンプレッサーなどの用途に使用もしくは使用の検討がなされている。

【0003】一般に、このような複合型制振材料（以下、制振材料と省略）の制振性能は中間樹脂層の性能に依存している。そして、この制振性能を損失係数（ η ）で表すと、 η はある一定温度にピークを示す特性を有し、制振材料はこのピーク特性温度の近傍で使用するものが最も効果的である。制振材料の中間樹脂層としては、従来よりポリウレタン（特開昭47-19277号公報）、ポリエステル（同50-143880号公報）、ポリアミド（同51-79146号公報）、ポリイソブチレン（同54-43251号公報、エチレン/ α -オレフィン（同55-84655号公報）、EVA（同57-34949号公報）、架橋ポリオレフィン（同59-152487号公報）、ポリビニルアセタール（同60-88149号公報）などが検討されており、その他アスファルト、合成ゴム、アクリル系接着剤、エポキシ樹脂なども制振性能を有することが知られている。

【0004】このような中間樹脂層に適用される樹脂は、上述のように一般的に熱可塑性の樹脂である。とこ

ろが、これらをこのまま制振材料の中間樹脂層として適用するベーキング性能（焼き付け塗装時の耐熱性）に問題が生じる。そのため、通常の制振材料においてはこれらの熱可塑性樹脂に応じた架橋剤を添加して熱硬化性を付与することによりベーキング性能の向上が図られている。

【0005】また、制振材料はプレス加工、曲げ加工、絞り加工等の加工を受けるため、これらの加工に耐え得る接着力を有していることが求められる。このような熱可塑性樹脂と架橋剤とからなる中間樹脂層を有する制振材料は、一般的に前述のような樹脂をそれに応じた溶剤に溶解して、架橋剤を添加した混合溶液を作製し、この混合溶液を金属板上に塗布した後、塗布面を内側にして同様の金属板を積層してこの積層体を加熱圧着することにより製造される。この方法によれば混合溶液に添加する架橋剤の量を調節することにより制振性能ピーク温度の調節がある程度可能であり、また中間樹脂層は熱硬化型であるためベーキング性能も向上させることができる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】制振材料が建築物や自動車等に利用される際には板状のまま利用されるのではなく、プレス加工、曲げ加工、絞り加工等の加工が施される。制振材料がこれらの加工を受ける際には大きな剪断応力を受けるため、金属板と中間樹脂層との間で剥離が生じることが多く、加工時に剥離が生じると制振性能の低下を招くばかりでなく、錆が侵入し易くなる。そこでプレス加工時等において剥離の生じにくい、加工性に優れた制振材料が求められている。

【0007】本発明の目的は前記従来技術の問題点を解決することにより、金属板と中間樹脂層との間での剥離を起こしにくくして加工性に優れた制振材料およびその製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、熱可塑性樹脂が架橋剤によって架橋されてなる中間樹脂層が金属板に挟持されてなる複合型制振材料であって、前記中間樹脂層が厚み方向に樹脂のゲル分率の分布を有し、かつ前記中間樹脂層の内層部のゲル分率が外層部のゲル分率よりも低いことを特徴とする複合型制振材料である。

【0009】また、本発明は、熱可塑性樹脂と架橋剤よりなる中間樹脂層と金属板との間に、架橋反応に対して触媒作用を有する触媒が介在した状態で、前記金属板で前記中間樹脂層を挟持した積層体を形成し、前記積層体を加熱圧着することを特徴とする複合型制振材料の製造方法である。すなわち、複合型制振材料用樹脂組成物の架橋反応に対する触媒を金属板上に予め塗布することを特徴とする複合型制振材料の製造方法である。

【0010】本発明において熱可塑性樹脂は飽和共重合ポリエステル樹脂であるのが好ましい。はじめに、本発

明の複合型制振材料に用いられる樹脂組成物の構成成分から順次説明する。第1の構成成分はガラス転移温度が -30°C 以上であり、架橋剤と反応し得る官能基を有する熱可塑性樹脂であればよいが、好ましくは下記の飽和共重合ポリエステル樹脂が良い。

【0011】飽和共重合ポリエステルとは下記のような化合物を言う。すなわち、ジメチルテレフタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、などの芳香族二塩基性酸、コバク酸、グルタル酸、アジピン酸、 β -メチルアジピン酸、ヒメリン酸、1, 6-ヘキサンジカルボン酸、アゼライン酸、セバチン酸、ノナンジカルボン酸、デカンジカルボン酸、ヘキサデカンジカルボン酸などの脂肪族二塩基性酸のうちの1種以上と、エチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 2-ペンタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、3-メチルペンタンジオール、1, 3-ヘキサジオール、1, 6-ヘキサジオール、1, 4-シクロヘキサジオール、水添ビスフェノールA、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコールなどのグリコールもしくはその残基形成誘導体のうちの1種以上から合成されるポリエステルあるいはカプロラクトンより合成されるポリエステルである。

【0012】飽和共重合ポリエステルの合成方法は以下の通りである。すなわち、本発明で用いる飽和共重合ポリエステル樹脂は常法により合成することができる。具体的には前述の二塩基性酸とグリコールとのエステル化反応およびそれに引き続く高温減圧下での過剰のグリコールを留去しながらのエステル交換反応により合成するか、あらかじめ合成されたポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等を所望の二塩基性酸および過剰のグリコールの存在下に解重合し、同様にエステル交換反応により合成すればよい。

【0013】重合触媒はテトラ- n -ブトキシチタン、酢酸亜鉛、三酸化アンチモン、シュウ酸チタン酸カリなどの金属塩よりなる通常の触媒から便宜選択される。第2の構成成分は架橋剤であり、飽和共重合ポリエステル樹脂を使用する場合に適した架橋剤は多価イソシアナート化合物である。本発明に用いる多価イソシアナート化合物は分子内に2個以上のイソシアナート基を有する多価イソシアナート化合物であり、具体的には、2, 4-トリレンジイソシアナート、2, 6-トリレンジイソシアナート（通常TDI）、メチレン-ビス-4-フェニルイソシアナート（通常MDI）、ポリメチレンポリフェニルポリイソシアナートまたはポリオール変性MDIなどのMDI誘導体、カルボジイミド変性MDI、ヘキサメチレンジイソシアナート（通常HDI）およびその誘導体、イソホロンジイソシアナート（通常IPDI）

およびその誘導体、TDIをトリメチロールプロパンなどに付加したTDI系アダクトポリイソシアナート、例えば市販品として、コロネートL、HL（以上、日本ポリウレタン）、ディスモフェンL、ディスモジュールN（住友バイエルウレタン）、MDI系ジイソシアナートとしてはミリオネートMTL-C（日本ポリウレタン社製）等が挙げられる。また、あらかじめ反応せしめた重合ポリイソシアナート、例えば市販品として、スプラセック3240、3250、コロネート2030、2031（日本ポリウレタン）、ディスモジュールIL、HL（住友バイエルウレタン）、イソシアナートをカプロラクトム等でマスクングしたブロックドイソシアナート、あらかじめ低分子量ポリエーテルと前述の多価イソシアナートとを反応せしめた末端イソシアナートプレポリマーなどを挙げることができる。

【0014】本発明では多価イソシアナート化合物として、これらのいずれも使用可能であるが、接着性向上の観点から、アダクトポリイソシアナートおよび重合ポリイソシアナートが好ましい。第3の構成成分は架橋反応に対する触媒である。本発明に用いる硬化触媒は一般的に知られているものでよく、飽和共重合ポリエステル樹脂と多価イソシアナート化合物を使用する場合には金属塩例えば n -ジブチルスズジラウレート、アミン系等のものでもよい。

【0015】本発明で用いる樹脂組成物の構成成分は、以上の通りであるが、その量比は数平均分子量より計算した飽和共重合ポリエステル樹脂中の水酸基1当量に対し、多価イソシアナート化合物のイソシアナート基が0.5~10当量となる量比が好ましい。0.5当量未満であると、得られる粘弾性樹脂の凝集力は極めて小さく、これにより成形加工時のズレ、剥離などのトラブルを発生するおそれがある。一方、10当量以上を用いると得られる粘弾性樹脂の制振性能は著しく低下する。

【0016】併用できる添加剤を例示すると、熱可塑性ポリエステル樹脂以外のポリエステル樹脂、末端水酸基を有するアクリル樹脂、ビスフェノール系エポキシ樹脂、クレゾールノボラック系エポキシ樹脂などのエポキシ樹脂、スチレン系、 α -メチルスチレン系などのスチレン系樹脂、テルペン樹脂、テルペンフェノール樹脂、ロジン系樹脂、炭化水素系樹脂、芳香族系樹脂、フェノール樹脂等の粘着性付与樹脂、ポリアルキレングリコールポリエステル系可塑剤、メラミン樹脂、オルガノファンクショナルシラン（通称シランカップリング剤）、過酸化物などの架橋剤、鎖延長剤などがある。

【0017】また、フィラーとしては炭酸カルシウム、タルク、ハードシールなどの無機フィラーが使用可能であり、溶剤としては、トルエン、MEK、アセトン、キシレン等が使用可能である。更に、上記樹脂組成物に充填剤として導電性固体物質を配合することによって導電性を付与し、該樹脂組成物から得られる粘弾性樹脂を中

間層として有する制振材料をスポット溶接可能な材料とすることができる。この目的で使用される導電性固体物質としては、鉄、ステンレス、亜鉛、銅、錫、ニッケル、アルミニウム、黄銅などの金属を粉末状、フレーク状、ファイバー状、ワイヤ状などに加工した金属物質や銅あるいはニッケルなどのめっき処理した鉄系金属やカーボンブラック、グラファイト、カーボンファイバーなどの導電性炭素物質は単独または2種類以上組み合わせ使用することができる。なお、導電性物質は良好な導電性を発現させるためには金属物質を選択することが好ましい。

【0018】導電性物質はその形状が粉末状である場合には、その最大厚みを、更にファイバー状やワイヤ状である場合には、その最大直径をそれぞれの代表長さ(L)とすると、より良好な導電性を発現させるため、代表長さ(L)と導電性物質を有する樹脂組成物から得られる粘弾性樹脂の厚さ(T)との比(L/T)が0.5以上、好ましくは0.8以上となるものを用いるのが良い。L/Tの比が0.5未満では該粘弾性樹脂を中間層とする制振材料のスポット溶接性能が低下する。

【0019】更に、導電性物質の充填量は導電性物質を有する樹脂組成物から得られる粘弾性樹脂の0.5~10体積%を占めるようになる量が好ましい。0.5体積%未満では該粘弾性樹脂を中間層とする制振材料のスポット溶接性能が低く、また、10体積%を超えるとスポット溶接性は充分満足されるが、金属板と中間樹脂層との間の接着性や制振材料の制振性能が低下し、好ましくない。

【0020】中間樹脂層の層厚は複合される金属板の板厚と関連して決定されるが、一般的には20~150 μ m程度である。20 μ m未満では制振性能が不足し、150 μ m超では成形加工時にズレ等を引き起こすことがある。制振材料に適用される金属板は特に限定されず、冷間圧延鋼板、クロメート処理鋼板、亜鉛系めっき鋼板、リン酸塩処理鋼板などの表面処理鋼板、銅板、アルミ板、ステンレス板などのいずれであっても良く、また、コイル状原板、切り板のいずれであってもよい。その板厚は特に限定されないが、成形加工性と保形性を考慮すれば0.3~2mmのものが好ましい。

【0021】本発明の複合型制振材料の典型例は、前記金属板2枚の間に中間樹脂層として粘弾性樹脂を挟持させたものであるが、この他、更に多層構造となっているもの等も本発明に含有される。次に、本発明の複合型制振材料の好適製造方法について述べる。本発明の複合型制振材料は、前記硬化用触媒を塗布した金属板間に押し出しフィルムまたはキャストフィルムを積層し、加熱ロール、熱プレス接着もしくは引き続き冷却ロールまたは冷却プレスにより積層接着することで得られるが、好ましくは溶剤を用いて液状の熱可塑性樹脂と架橋剤を主成分とする樹脂組成物を調製し、その樹脂組成物を直接前記硬化用触媒を塗布した金属板の少なくとも一

方、好ましくは両者の積層面に塗布し、室温ないし好ましくは100℃以上200℃以下の温度で加熱して溶剤を留去した後、引き続きもしくは放置後、加熱積層接着して製造する。

【0022】なお、前記液状の樹脂組成物の金属板への塗工方法は特に限定されないが、ロールコーター、スプレー、カーテンフローコーター、ドクターナイフコーター等が好ましい。積層接着温度は、通常、樹脂組成物に130~250℃の加熱が与えられるようにすればよく、加熱プレスの場合には2秒間~2分間程度、加熱ロールの場合には0.5~10秒間程度の接触時間であればよい。また、金属板を予め同温度に加熱し、冷却プレスまたは冷却ロールにより積層接着してもよい。

【0023】本発明に用いる熱可塑性樹脂と架橋剤を主成分とする樹脂組成物には、溶剤を配合でき、その場合、液状で金属板に塗工することもできるため金属板と中間層との密着性を高めることができ、ガスの巻き込みを防止することができる。また、本発明の制振材料にスポット溶接性を付与する目的で添加される導電性金属粉、カーボンなどの本発明に用いた樹脂組成物への添加を容易にするためには、該樹脂組成物に溶剤も添加することが好ましいが、本発明に用いた樹脂組成物には導電性金属粉、カーボン、溶剤等を容易に添加し得るため本発明によればスポット溶接可能な制振材料も容易に得ることができる。

【0024】加えて、本発明の複合型制振材料は接着直後直ちに所定の接着性が得られるという特徴を有し、その製造に際し、通常の熱可塑性樹脂を用いる場合と同等の条件で製造されても、中間層が接着温度以上の耐熱性を示すという特徴を有する。本発明におけるゲル分率とは、熱硬化性樹脂が硬化反応によりゲル化し、ゲル化前には溶剤に可溶である樹脂が、ゲル化により溶剤に対して不溶となる過程の指標となるものである。具体的には、硬化反応によりゲル化が進行した樹脂をアセトン等の溶剤を用いて可溶分を抽出し、抽出前の樹脂重量に対する抽出後の樹脂重量の百分率をゲル分率と言う。

【0025】

【作用】本発明では、中間樹脂層の外層部のゲル分率を内層部のゲル分率より高くしたので、プレス加工、曲げ加工、絞り加工等の加工時の大きな剪断応力に耐えることができ、金属板と中間樹脂層との間で剥離が生じることが殆どない。その理由は以下のように考えられる。

【0026】二枚の金属板と中間樹脂層から成る制振材料の接着強度は中間樹脂層のゲル分率即ち弾性率に依存し、ゲル分率、弾性率の増加に従って、接着強度が向上する。中間樹脂層の外層部即ち金属板と中間樹脂層の界面近傍の樹脂層のゲル分率を高めることにより金属板-中間樹脂層界面の接着強度が向上し、加工時の金属板と中間樹脂層との間での剥離の発生を防ぐことが可能となる。

【0027】なお、ゲル分率の分布の調整方法としては、金属板と中間樹脂層との間に架橋反応に対して触媒作用を有する触媒を介在させる際に、触媒能の異なる触媒を用いることにより、ゲル分率の分布の調整が可能である。

【0028】

【実施例】以下に本発明を実施例に基づいて具体的に説明する。下記の方法にて、制振材料を製造し、評価を行った。

(1) 使用した熱可塑性ポリエステル樹脂の物性値
ガラス転移温度、軟化温度および数平均分子量の測定は、各々下記の方法で行った。

【0029】①ガラス転移温度の測定

熱可塑性ポリエステル樹脂を1mm厚のシートとし、粘弾性スペクトルメーター(10Hz)によって動的弾性率(E')を測定し、弾性率が低下し始める温度をガラス転移温度とした。

②軟化温度の測定

JIS K 2531に準じ、R&B軟化点によって測定し、その温度を軟化温度とした。

【0030】③数平均分子量の測定

熱可塑性ポリエステル樹脂をテトラヒドロフランに溶解し、液体クロマトグラフィーで測定し、ポリスチレン換算による数平均分子量を算出した。

(2) 樹脂組成物の調製

熱可塑性ポリエステル樹脂をトルエン、MEK混合溶剤(重量比で1/1)に固形分(以下NVと略す)30%になるように溶解し、架橋剤である多価イソシアナート化合物としてコロネート2030[NV=50%、NCOwt%=7.7%、日本ポリウレタン工業(株)製]を熱可塑性ポリエステル樹脂溶液100重量部に対して3重量部添加混合し、樹脂組成物を得た。

(3) 複合型制振材料の製造

金属板として、0.8mm厚の冷間圧延鋼板(SPCC-S D)を脱脂して使用した。

【0031】鋼板の片面には樹脂組成物を乾燥後の厚みで25 μ m程度となるようにドクターナイフコーターで塗布した。この鋼板をオープンで乾燥(200℃×2分)し、溶剤を留去した。この後、樹脂層を有する鋼板同士を樹脂層の面を内側にして重ね、熱プレス(200℃×1分、圧力20kgf/cm²)で加熱接着し、制振材料を得た。

(4) 性能評価試験

①接着強度

JIS K 6850試験法に基づいて、剪断接着強度(SAS)を室温で測定した。

【0032】JIS K 6854に準じて、T型剥離強度(TPS)を室温で測定した。

②制振性能

制振材料の損失係数(η)を機械インピーダンス法により測定し、1000Hzにおける損失係数の最大値とその時の

温度を調べた。

③プレス加工時の耐しわ性

円錐台成形におけるボデーしわ高さでしわの有無を調べた。

【0033】

プレス条件 : 円錐台成形

ボンチ径 : 100mm

ボンチ肩半径 : 10mm

ダイス径 : 204mm

10 ダイス肩半径 : 10mm

しわ押さえ力 : 5トン

潤滑 : 防錆油

ブランク径 : 300mm

上記条件で高さ50mm成形し、壁部のしわ高さを評価した。しわ高さ0.5mm以下は実用上差し支えないレベルであり、0.5mm以下をしわ無し、0.5mmを超える場合をしわ有りとして評価した。

【0034】実施例1

20 テレフタル酸残基60モル、アジピン酸残基40モル、エチレングリコール残基60モル、1, 6-ヘキサジオール残基40モルの当量比からなり、数平均分子量が15000、ガラス転移温度が25℃、軟化温度80℃の飽和ポリエステル樹脂を常法により合成した。このポリエステル樹脂をトルエン、MEK重量比1/1の溶剤に固形分(NV)25%となるように溶解し、樹脂溶液とした。架橋剤として多価イソシアナート化合物のコロネート2030[NV=50%、NCO含有率7.7%、日本ポリウレタン工業(株)製]を用いた。

30 【0035】複合型制振材料を構成する金属板として脱脂した厚み0.8mmの冷延鋼板を用いた。イソシアナート硬化触媒としてジブチルスズジラウレートを用いた。前記触媒の使用に際してはトルエン10000重量部に対して触媒1重量部を溶解して使用した。前記触媒を前記2枚の鋼板上に塗布し、風乾した。触媒を塗布した各々の鋼板上に前記樹脂溶液を乾燥膜厚25 μ mとなるように塗布し、2枚の積層体を形成した。これを風乾後、オープン(180℃、2分)により完全に溶剤を除去し、塗布面が内側になるように重ね合わせ、熱プレス(200℃、1分、30kgf/cm²)で加熱圧着し、本発明の複合型制振材料を作製した。

【0036】得られた複合型制振材料について、前記の条件で剪断接着強度(SAS)試験、T型剥離強度(TPS)試験、プレス加工時の耐しわ性試験を行った。結果を表1に示す。

比較例1

硬化触媒を用いずに、実施例と同様の樹脂、架橋剤を使用し、同様の試験を行った。結果を表1に示す。

【0037】

【表1】

評 価 項 目	実施例 1	比較例 1
S A S (kgf/cm ²)	140	100
T P S (kgf/inch)	18	10
損失係数最大値	0.3	0.3
制振性ピーク温度 (℃)	25	25
プレス加工時のしわの有無	無	有

【0038】表1で見られるように比較例1よりも実施例1の接着性能(SAS、TPS)が向上する。従って、金属板と中間樹脂層の界面の接着強度の向上すなわち、界面におけるゲル分率の向上が示される。

【0039】

*

*【発明の効果】本発明により加工性に優れる複合型制振材料およびその製造法が提供された。従って、自動車分野等で使用可能な優れた性能を有する複合型制振材料を提供することができるようになった。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁵

// F16F 15/02

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

Q 9138-3J

(72)発明者 杉辺 英孝

千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内